



中国石油化工集团公司
水处理药剂采购验收标准

SH 2604.03—2003

水处理药剂 聚偏磷酸钠

Water treatment chemicals — Sodium Hexametaphosphate

2003 - 11 - 29 发布

2004 - 01 - 01 实施

中国石油化工集团公司 发布

SH 2604.03—2003

前 言

本标准修改时基本上保留原 SH 2604.03—1997 的指标和检验方法，仅非活性磷指标略有提高，这也是与国家化工行业标准 HG/T 2837—1997 的主要差异之处。

质量指标不分等级。

本标准自实施之日起代替原 SH 2604.03—1997 标准

本标准由中国石油化工股份有限公司提出。

本标准由中国石油化工集团公司水处理药剂评定中心归口并负责起草。

本标准主要起草人：金栋、庞如振、张建枚、白桦、马焕平、董丽艳。

水处理药剂 聚偏磷酸钠

Water treatment chemicals — Sodium Hexametaphosphate

1 范围

本标准规定了水处理剂聚偏磷酸钠的技术要求、采样、试验方法以及标志、包装、运输和贮存。本标准适用于中国石油化工集团公司所属企业采购工业循环水处理药剂——聚偏磷酸钠时作质量验收用。

分子式： $[\text{NaPO}_3]_n$

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。在标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法

HG/T 2837—1997 水处理剂 六偏磷酸钠

GB 8946—1988 塑料编织袋

3 技术要求

3.1 外观

白色细粒状物。

3.2 水处理剂用聚偏磷酸钠应符合表 1 要求。

表 1

指 标 项 目	指 标
总磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量, %	≥ 68.0
非活性磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量, %	≤ 7.2
水不溶物含量, %	≤ 0.05
铁(Fe)含量, %	≤ 0.05
pH(1.0%水溶液)	5.8~7.3
溶解性	合格
平均聚合度 n	10~16

4 试验方法

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他规定时，均按 GB/T 601、

SH 2604.03—2003

GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合要求。

4.1 总磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量的测定

4.1.1 方法提要

在酸性溶液中试样全部水解为正磷酸盐。加入喹钼柠酮后生成磷钼酸喹啉沉淀,经过滤、洗涤、干燥,称重至恒重。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 硝酸(GB 626)

4.1.2.2 硝酸(GB 626): 1+1 溶液

4.1.2.3 钼酸钠(GB 1087)

4.1.2.4 柠檬酸(HG 3—1108)

4.1.2.5 喹啉

4.1.2.6 丙酮(HG 686)

4.1.2.7 喹钼柠酮溶液

制备方法:

溶液 I: 称取 70g 钼酸钠,溶于 150mL 水中;

溶液 II: 称取 60g 柠檬酸,溶于 85mL 硝酸和 150mL 水的混合液中;

溶液 III: 量取 5mL 喹啉,溶于 85mL 硝酸和 100mL 水的混合液中。在不断搅拌下,先将溶液 I 缓慢加入溶液 II 中。再将溶液 III 缓慢加入溶液 II 中。混匀,放置 24h,过滤。在滤液中加入 280mL 丙酮用水稀释至 1000mL,混匀。贮于有色玻璃瓶或聚乙烯瓶中。

4.1.3 仪器和设备

一般实验室用仪器和

4.1.3.1 坩锅式过滤器: 滤板孔径 5 ~ 15 μ m。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 试液的制备

称量约 2g 试样(精确到 0.0002g),置于 100mL 烧杯中,常温下加水溶解。全部转移到 500mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。

4.1.4.2 测定

用移液管移取 15.00mL 试液,置于 400mL 高型烧杯中,加 15mL 硝酸、70mL 水。煮沸 15min,趁热加入 50mL 喹钼柠酮溶液,煮沸 10min 以后。冷却至室温。用已恒重的坩锅式过滤器以倾泻法过滤。在烧杯中洗涤沉淀三次,每次用水 15mL。将沉淀移入坩锅式过滤器中,继续用水洗涤。所用洗涤水共约 150mL。于 180 $^{\circ}$ C \pm 5 $^{\circ}$ C 下干燥 45min,或于 250 $^{\circ}$ C \pm 5 $^{\circ}$ C 干燥 30min。在干燥器中冷却,称重。至恒重。

4.1.5 分析结果的表述

以质量分数表示的总磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 \times 0.03207}{m \times \frac{15}{500}} \times 100 = \frac{106.9m_1}{m} \quad (1)$$

式中:

m_1 ——磷钼酸喹啉沉淀质量, g;

m ——试样质量, g;

0.03207——磷钼酸喹啉换算成五氧化二磷的系数。

4.1.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

4.2 非活性磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量的测定

4.2.1 方法提要

在试液中加入氯化钡,与聚偏磷酸钠生成沉淀,过滤。在滤液中加入酸,使其余磷酸盐水解成正磷酸盐。加入喹钼柠酮溶液后生成磷钼酸喹啉沉淀,过滤、洗涤、称重。

4.2.2 试剂和材料

4.1.2 条规定的试剂和溶液和

4.2.2.1 氯化钡(GB 652): 25g/L 溶液。

4.2.3 仪器和设备

一般实验室用仪器和

4.2.3.1 坩锅式过滤器: 滤板孔径 5 ~ 15 μ m。

4.2.4 分析步骤

用移液管移取 15mL 试液,置于 100mL 容量瓶中。在不断摇动下加入 30mL 氯化钡溶液,充分摇动使沉淀完全。用水稀释至刻度,摇匀。干过滤。用移液管移取 50mL 滤液,置于 400mL 高型烧杯中,加 15mL 硝酸、35mL 水。煮沸 15min,趁热加入 20mL 喹钼柠酮溶液,煮沸 10min 以上。冷却至室温。

用已恒重的坩锅式过滤器,以倾泻法过滤。在烧杯中洗涤沉淀三次,每次用水 15mL。将沉淀移入坩锅式过滤器中,继续用水洗涤。所用洗涤水共约 150mL。于 180 $^{\circ}$ C \pm 5 $^{\circ}$ C 下干燥 45min,或于 250 $^{\circ}$ C \pm 5 $^{\circ}$ C 干燥 30min。在干燥器中冷却,称重。

4.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的非活性磷酸盐(以 P_2O_5 计)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 \times 0.03207}{m \times \frac{15}{500} \times \frac{50}{100}} \times 100 = \frac{213.8m_1}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——磷钼酸喹啉沉淀质量, g;

m ——试样质量, g;

0.03207——磷钼酸喹啉换算成五氧化二磷的系数。

4.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

4.3 水不溶物含量的测定

4.3.1 仪器和设备

一般实验室用仪器和

4.3.1.1 坩锅式过滤器: 滤板孔径 5 ~ 15 μ m。

4.3.2 分析步骤

称量约 30g 研磨后的试样(精确至 0.01g),置于 400mL 烧杯中,加 200mL 水,加热至沸使之溶解。趁热用已恒定的坩锅式过滤器过滤。用热水洗涤 10 次,每次用水 20mL。在 105 ~ 110 $^{\circ}$ C 下干燥至恒重。

4.3.3 分析结果的表述

以质量分数表示的水不溶物含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \dots\dots\dots (3)$$

SH 2604 03—2003

式中：

m_1 ——坩锅式过滤器的质量，g；

m_2 ——水不溶物和坩锅式过滤器的质量，g；

m ——试样质量，g。

4.3.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

4.4 铁(Fe)含量的测定

4.4.1 方法提要

用抗坏血酸将试液中的三价铁还原成二价铁。在 pH 为 2~9 时，二价铁离子与邻菲罗啉生成橙红色络合物。使用分光光度计在最大吸收波长(510nm)下测其吸光度。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 盐酸(GB 622)：1+1 溶液。

4.4.2.2 氨水(GB 631)：1+3 溶液。

4.4.2.3 冰乙酸(GB 676) - 乙酸钠(GB 693)缓冲溶液：pH≈4.5。

4.4.2.4 抗坏血酸：20g/L 溶液，使用期限 10d。

4.4.2.5 邻菲罗啉(GB 1293)：2g/L 溶液。

4.4.2.6 铁标准溶液：0.010mgFe/mL。按照 GB 602 配制后，用移液管移取 100mL，置于 1000mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。只限当日使用。

4.4.3 仪器设备

一般实验室仪器和

4.4.3.1 分光光度计：带有厚度为 3cm 的吸收池。

4.4.4 标准曲线的绘制

在七个 100mL 容量瓶中，分别加入 0(试剂空白溶液)、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00mL 铁标准溶液。

每个容量瓶都按下述规定同样处理：

加水至约 40mL，用盐酸调整溶液 pH 接近 2(用精密 pH 试纸检验)。加 2.5mL 抗坏血酸溶液、10mL 缓冲溶液、5mL 邻菲罗啉溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

使用分光光度计，用 3cm 厚的吸收池，在 510nm 波长处，以水为参比测定吸光度。

从每个标准参比溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度，以铁含量(mg)为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

4.4.5 分析步骤

4.4.5.1 试液的制备

称量约 2.5g 试样，精确至 0.01g，置于 250mL 烧杯中。加 100mL 水、10mL 盐酸，加热煮沸 15min，冷却。全部转移到 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.2 空白试液的制备

在 250mL 烧杯中加 100mL 水、10mL 盐酸，加热煮沸 15min，冷却，全部转移到 250mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.3 显色

用移液管移取 10mL 试液和 10mL 空白试液，分别置于 100mL 容量瓶中，加 30mL 水，用氨水调整 pH 接近 2(用精密 pH 试纸检验)。加 2.5mL 抗坏血酸溶液、10mL 缓冲溶液、5mL 邻菲罗啉溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

4.4.5.4 吸光度的测定

使用分光光度计，用 3cm 厚的吸收池，在 510nm 波长处，以水为参比测定吸光度。

4.4.6 分析结果的表述

以质量分数表示的铁(Fe)含量按式(4)计算:

$$Fe(\%) = \frac{m_1 - m_0}{m \times \frac{10}{250} \times 1000} \times 100 = \frac{2.5(m_1 - m_0)}{m} \quad (4)$$

式中:

m_1 ——根据测得的试液的吸光度从标准曲线上查出的铁含量, mg;

m_0 ——根据测得的空白试液的吸光度从标准曲线上查出的铁含量, mg;

m ——试液质量, g。

4.4.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 平行测定结果的绝对差值不大于 0.01%。

4.5 pH值的测定

4.5.1 仪器设备

一般实验室仪器和

4.5.1.1 酸度计: 精度 0.02pH 单位。配有饱和甘汞电极和玻璃电极或复合电极。

4.5.2 分析步骤

称量(1.00±0.01)g 试样, 置于 250mL 烧杯中。用 100mL 不含二氧化碳的冷蒸馏水溶解。在室温下用酸度计, 测定溶液的 pH 值。

4.6 溶解性的测定

4.6.1 分析步骤

在 250mL 烧杯中加 100mL 10~38℃ 的水, 置于电磁搅拌器上, 放入长度 3.5~4.0cm 的电磁搅拌子。在搅拌下加入(5.0±0.1)g 试样。试样应在 20min 内全部溶解。

4.7 平均聚合度(n)的测定

4.7.1 方法提要

以电位滴定法测定试样的端基磷含量。二倍总磷含量与端基磷含量之比即为平均聚合度。

4.7.2 试剂和溶液

4.7.2.1 盐酸(GB 622): $c(\text{HCl})$ 约 1mol/L 溶液;

4.7.2.2 氢氧化钠(GB 629): $c(\text{NaOH})$ 约 0.15mol/L 标准溶液。

4.7.3 仪器设备

一般实验室仪器和

4.7.3.1 酸度计: 精度 0.02pH 单位。配有饱和甘汞电极和玻璃电极或复合电极。

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 试液的制备

称量约 2.5g 试样(精确至 0.0002g), 置于 100mL 烧杯中。加少量水溶解。全部转移到 250mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.7.4.2 端基磷含量的测定

用移液管移取 50mL 试液, 置于 250mL 烧杯中, 加 50mL 水。将烧杯置于电磁搅拌器上, 放入电磁搅拌子, 开动搅拌器。把玻璃电极(测量电极)和饱和甘汞电极(参比电极)插入溶液中并与酸度计相联接。调整零点定位。滴加盐酸至溶液 pH 约为 3。然后用氢氧化钠标准溶液滴定。记录每次加入氢氧化钠标准溶液后的总体积和对应的 pH 值。当 pH 在 4~5 和 9~10 这两个范围时, 每次只加氢氧化钠标准溶液 0.10mL。计算出 ΔpH 和 $\Delta^2\text{pH}$ 、 ΔpH 出现最大值后再记录一个 pH 值。记录格式详见附录 A(参考件)。

SH 2604 03—2003

4.7.4.3 计算

滴定端基磷所消耗的氢氧化钠标准溶液的体积(V)按式(5)计算:

$$V = \left(V_2 + 0.1 \times \frac{b_2}{B_2} \right) - \left(V_1 + 0.1 \times \frac{b_1}{B_1} \right) \quad (5)$$

式中:

V_1 ——pH 在 4~5 之间时, ΔpH 达最大值前所加入氢氧化钠标准溶液(5.7.2.2)的总体积, mL;

V_2 ——pH 在 4~10 之间时, ΔpH 达最大值前所加入氢氧化钠标准溶液(5.7.2.2)的总体积, mL;

b_1 ——pH 在 4~5 之间时, $\Delta^2\text{pH}$ 最后一次正值;

b_2 ——pH 在 9~10 之间时, $\Delta^2\text{pH}$ 最后一次正值;

B_1 ——pH 在 4~5 之间时, $\Delta^2\text{pH}$ 最后一次正值与第一次负值绝对值之和;

B_2 ——pH 在 9~10 之间时, $\Delta^2\text{pH}$ 最后一次正值与第一次负值绝对值之和。

4.7.5 平均聚合度(n)按式(6)计算

$$n = \frac{2X_1}{\frac{c \cdot V \times 0.07097}{m \times \frac{50}{250}} \times 100} = \frac{0.0564X_1 \cdot m}{c \cdot V} \quad (6)$$

式中:

X_1 ——4.1 条测出的总磷酸盐(以 P_2O_5 计)百分含量;

V ——滴定端基磷所消耗氢氧化钠标准溶液(5.7.2.2)的体积, mL;

c ——氢氧化钠标准溶液的浓度, mol/L;

m ——试样质量, g;

0.07097——1.00mL 氢氧化钠溶液[$c(\text{NaOH}) = 1.000\text{mol/L}$]相当于五氧化二磷的质量, g。

4.7.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 平行测定结果的绝对差值不大于 0.5。

5 标志、包装、运输和贮存

5.1 水处理剂聚偏磷酸钠的包装袋上应涂刷牢固的标志, 内容包括: 生产厂名称、产品标准名称、商标、批号或生产日期、净重、厂址。

5.2 每批出厂的水处理剂聚偏磷酸钠应附有质量合格证, 内容包括: 生产厂名称、产品标准名称、商标、批号或生产日期、净重、产品质量符合标准的证明及标准编号。

5.3 水处理剂聚偏磷酸钠采用双层包装, 内包装采用聚乙烯薄膜袋, 厚度不小于 0.08mm, 外包装采用聚丙烯塑料编织袋, 其性能和检验方法应符合 GB 8946 B 型的有关规定。内袋用尼龙绳或质量相当的线绳两次捆扎袋口, 外袋用缝包机缝口, 针距 6~7mm, 缝线整齐, 针距均匀, 无漏缝和跳线。每袋净重 25kg 或 50kg。

5.4 运输时要严防雨淋和日晒, 贮存在通风干燥的库房里。

5.5 水处理剂聚偏磷酸钠的贮存期为十个月。

附录 A

平均聚合度测定试验记录格式举例(参考件)

氢氧化钠标准溶液体积, mL	pH	ΔpH	$\Delta^2\text{pH}$
0	3.01		
2.80	4.15	0.17	
2.90	4.32	0.27	0.10
3.00	4.59	0.38	0.11
3.10	4.97	0.33	-0.05
3.20	5.30		
7.50	9.10	0.19	0.02
7.60	9.29	0.21	
7.70	9.50	0.25	0.04
7.80	9.75	0.24	-0.01
7.90	9.99		

$$V = \left(7.70 + 0.1 \times \frac{0.04}{0.04 + 0.01} \right) - \left(3.00 + 0.1 \times \frac{0.11}{0.11 + 0.05} \right) = 4.71(\text{mL})$$